



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

| | | |
|--|--|--|
| (51) Classification internationale des brevets⁴ : C12N 1/20, A23C 21/02, 19/032 | A1 | (11) Numéro de publication internationale: WO 89/01510 (43) Date de publication internationale: 23 février 1989 (23.02.89) |
| (21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR88/00407 (22) Date de dépôt international: 4 août 1988 (04.08.88) (31) Numéro de la demande prioritaire: 87/11312 (32) Date de priorité: 7 août 1987 (07.08.87) (33) Pays de priorité: FR (71) Déposant: ETABLISSEMENTS BOLL [FR/FR]; Le Moulin d'Aulnay, B.P. 64, Saint-Germain-lès-Arpajon, F-91292 Arpajon Cédex (FR). (72) Inventeurs: BERCETCHE, Jean-Claude ; Ahaxe, F-64220 Saint-Jean-Pied-de-Port (FR). ODINOT, Jean-Marie ; 6, rue Grandjean-Remereville, F-54110 Dombasle (FR). | (74) Mandataire: BUREAU D.A. CASALONGA-JOSSE; 8, avenue Percier, F-75008 Paris (FR). (81) Etats désignés: AT (brevet européen), AU, BE (brevet européen), BR, CH (brevet européen), DE (brevet européen), DK, FI, FR (brevet européen), GB (brevet européen), IT (brevet européen), LU (brevet européen), NL (brevet européen), NO, SE (brevet européen). Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i> | |
| (54) Title: ACID PROTEINIC CONCENTRATE OBTAINED FROM MILK, PROCESS FOR ITS PRODUCTION AND ITS USE IN CHEESE MAKING | | |
| (54) Titre: CONCENTRE PROTEIQUE ACIDE D'ORIGINE LAITIÈRE, SON PROCÉDE DE FABRICATION ET SON UTILISATION POUR LA FABRICATION DES FROMAGES | | |
| (57) Abstract <p>Process for producing a proteinic concentrate obtained from milk for use in cheese making, characterized by the fact that a culture is developed from a lactic medium with the aid of acid-forming bacteria, possibly enriched with proteins containing mainly proteins and lactose. In order for the bacteria to develop, the medium is left to ferment for a sufficient length of time and at a temperature in the region of the optimal temperature required for the growth of the bacteria, with resulting acidification of the lactic medium.</p> (57) Abrégé <p>Procédé de fabrication d'un concentré protéique d'origine laitière, utilisable en fromagerie, caractérisé par le fait que l'onensemence à l'aide de bactéries acidifiantes un milieu lacté, éventuellement enrichi en protéines comprenant principalement des protéines et du lactose, que l'on laisse fermenter ce milieuensemencé pendant une durée suffisante et à une température voisine de la température optimale de croissance des bactéries pour permettre le développement de celles-ci et provoquer l'acidification du milieu.</p> | | |

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

| | | | | | |
|----|-----------------------------------|----|--|----|-----------------------|
| AT | Autriche | FR | France | ML | Mali |
| AU | Australie | GA | Gabon | MR | Mauritanie |
| BB | Barbade | GB | Royaume-Uni | MW | Malawi |
| BE | Belgique | HU | Hongrie | NL | Pays-Bas |
| BG | Bulgarie | IT | Italie | NO | Norvège |
| BJ | Bénin | JP | Japon | RO | Roumanie |
| BR | Brésil | KP | République populaire démocratique de Corée | SD | Soudan |
| CF | République Centrafricaine | KR | République de Corée | SE | Suède |
| CG | Congo | LI | Liechtenstein | SN | Sénégal |
| CH | Suisse | LK | Sri Lanka | SU | Union soviétique |
| CM | Cameroun | LU | Luxembourg | TD | Tchad |
| DE | Allemagne, République fédérale d' | MC | Monaco | TG | Togo |
| DK | Danemark | MG | Madagascar | US | Etats-Unis d'Amérique |
| FI | Finlande | | | | |

Concentré protéique acide d'origine laitière,
son procédé de fabrication et son utilisation
pour la fabrication des fromages.

La présente invention est relative à un milieu acide d'origine
laitière, à son procédé de fabrication ainsi qu'à son utilisation en
fromagerie.

Pour produire du fromage, on ajoute au lait de la présure ou une
autre enzyme qui coagule le lait et qui permet de séparer une phase
solide du petit lait. On ajoute, par ailleurs, des bactéries
lactiques, qui ont pour but de transformer le sucre du lait en acide
lactique et de participer à l'affinage du produit.

Il existe essentiellement trois modes d'ensemencement, à
savoir : l'ensemencement traditionnel, l'ensemencement semi-direct
(ensemencement du grand levain) et l'ensemencement direct (ensemencement
du lait de fabrication).

L'ensemencement traditionnel consiste essentiellement à fournir
un inoculum destiné à être propagé par la fromagerie sur un milieu
lacté jusqu'à l'obtention d'un volume important de levain (grand
levain) qui sert à ensemer le lait de fabrication. Ce levain
contient, outre les bactéries lactiques, de l'acide lactique, et les
autres constituants du milieu plus ou moins transformés par la
fermentation.

Dans ce levain, l'acide lactique intervient en favorisant
l'action des enzymes coagulantes, et les produits de la fermentation
peuvent stimuler la croissance de certaines bactéries lactiques,
surtout les espèces les plus exigeantes au niveau nutritionnel.

L'ensemencement semi-direct permet de limiter le nombre de
propagations pour obtenir le grand levain.

L'ensemencement direct consiste à ajouter directement dans le lait de fabrication du fromage, les bactéries lactiques sans manipulations intermédiaires, compte tenu de la grande concentration en germes de ce produit.

5 En utilisant ce dernier mode d'ensemencement qui représente un grand intérêt pour les fromagers dans la mesure où il évite toutes les étapes intermédiaires, notamment de préparation du grand levain, on ajoute certes, le nombre voulu de bactéries lactiques, mais par contre, les autres composants du grand levain sont généralement
10 absents.

L'utilisation d'un grand levain représente des inconvénients; en effet, lorsque le fromager souhaite modifier la quantité de bactéries lactiques apportées, il modifie aussi l'apport des autres éléments présents dans le levain. Il est donc impossible de moduler séparément
15 les différents composants.

L'utilisation de l'ensemencement direct par contre, permet de moduler sans limite la dose de bactéries lactiques sans pour autant modifier les autres paramètres.

La demanderesse a découvert, ce qui fait l'objet de la présente
20 invention, un nouveau procédé d'obtention de concentrés protéiques acides d'origine laitière, utilisable en fromagerie, permettant d'améliorer les conditions d'utilisation de l'ensemencement direct. Ce procédé peut permettre également de valoriser des produits issus de la fabrication fromagère, tels que les rétentats d'ultrafiltration
25 de sérum.

Un autre objet de l'invention est constitué par le milieu acide ainsi obtenu.

L'invention a également pour objet l'utilisation de ce milieu pour la fabrication de fromages.

30 D'autres objets de l'invention apparaîtront à la lecture de la description et des exemples qui suivent.

Le procédé conforme à l'invention consiste essentiellement à ensemencer à l'aide de bactéries acidifiantes un milieu lacté éventuellement enrichi en protéines constitué principalement de
35 protéines et de lactose, à laisser fermenter à une température

voisine de la température optimale de croissance des bactéries généralement comprise entre 30 et 50°C. Les bactéries produisent de l'acide lactique et par ce fait, acidifient le milieu. L'acidité titrée avec de la soude N/9 peut aller jusqu'à 350° Dornic; le degré Dornic correspond à une concentration de 0,1 g d'acide lactique par litre; donc soit à un équivalent en acide lactique de 35 g/l, soit de 3,5%. La fin de la fermentation est déterminée par la concentration en acide lactique désirée, l'arrêt de celle-ci consiste à élever la température du milieu à la température de destruction des bactéries.

Le milieu de base utilisé de façon préférentielle, est le lactosérum doux ou acide, ayant une composition par litre d'environ 6 à 8 g de lactoprotéines, 45 à 50 g de lactose, 6 à 8 g de sels minéraux et 1 à 2 g de matières grasses. Il peut être enrichi en protéines soit par apport direct, par exemple des caséinates ou par tout autre produit riche en protéines laitières, soit par concentration par des moyens connus en eux-mêmes dans l'état de la technique tels que l'ultrafiltration, la filtration, l'osmose inverse. Lorsque le milieu est enrichi avec des protéines sériques, elles sont dénaturées, par exemple par traitement thermique afin d'être récupérables dans les fromages.

De préférence, le pH du milieu est proche ou supérieur à 6.

Le milieu peut être obtenu notamment à partir de lactosérums, de rétentats de lactosérums liquides, ou à partir de poudres resolubilisées (poudre de lactosérum, de rétentats de lactosérum, de caséinates), ce qui permet dans ce cas d'ajuster les teneurs en protéines et en lactose.

Le lactosérum apporte du lactose et des facteurs de croissance comme les sels minéraux, les vitamines. L'enrichissement en protéines donne au milieu un pouvoir tampon plus important et permet une évolution plus lente du pH. Les bactéries utilisées sont des bactéries lactiques capables de développer une certaine acidité, comme par exemple *Lactobacillus* qui peut aller jusqu'à un pH voisin de 3,3. Plus le milieu est riche en protéines, plus l'acidité produite est importante, mais il existe une limite qui est notamment la prise en masse au chauffage pour des teneurs supérieures à 100 g/l

de protéines. Le lactose est transformé en acide lactique, il doit être présent en quantité suffisante en raison de l'acidité finale désirée.

Un milieu moyen est constitué de 50 g de protéines pour 40 g de lactose. Pour un tel milieu ensemencé avec *Lactobacillus helveticus*, l'incubation s'effectue à 45°C pendant une durée moyenne de 14 heures. Le pH final se situe au voisinage de 3,5 et l'acidité est voisine de 260°D. Le pH et l'acidité peuvent être ajustés à une valeur donnée par apport d'un neutralisant comme la soude ou par arrêt de la fermentation à la valeur de pH souhaitée. Une température de 80°C pendant une minute permet de détruire la totalité des lactobacilles sans modifier le milieu. Toutes espèces de bactéries lactiques peuvent être utilisées.

Le milieu protéique acide conforme à l'invention est essentiellement caractérisé par le fait qu'il contient de l'acide lactique dans des proportions telles à avoir un pH compris entre 3 et 5,5; une acidité supérieure à 4 g d'acide lactique par litre (40°D), des matières azotées protéiques dans des proportions d'au moins 30 g/kg et des métabolites. On peut ajouter à ce milieu des électrolytes tels que le chlorure de calcium, des vitamines, des bactéries susceptibles d'améliorer les qualités organoleptiques ou de texture du fromage.

Les milieux protéiques acides conformes à l'invention peuvent se présenter sous forme liquide ou de poudre. Dans le cas de forme pulvérulente, cela nécessite un tour de séchage et un milieu homogène pour avoir une bonne liaison entre les protéines et l'acide lactique. On obtient une poudre ayant un pH compris entre 3 et 5,5.

En fromagerie, le milieu protéique acide conforme à l'invention s'additionne directement au lait de fabrication. La quantité ajoutée est fonction de la baisse de pH souhaitée. Elle se raisonne en pourcentage de la quantité de lait. Une addition de 1% d'un milieu protéique acide titrant 250°D permet une baisse de 0,1 unité pH. Ainsi il est possible, en utilisant ce milieu de régler le pH du lait à l'emprésurage, de réguler le temps de prise et optimiser la rhéologie du coagulum. Le procédé de fabrication du fromage consiste donc à ajouter directement au lait de fabrication le concentré protéique acide dans une quantité telle à obtenir le pH souhaité, à

procéder ensuite à l'emprésurage et à laisser prendre le fromage. Le procédé est particulièrement efficace lorsqu'il est utilisé conjointement avec l'ensemencement direct. L'activité des bactéries lactiques sur lait enrichi avec ce produit est équivalente ou
5 améliorée par rapport à celle d'un lait seul. Ce milieu permet aussi d'enrichir le lait en protéines.

Il va de soi que le milieu protéique acide peut également être utilisé dans les systèmes d'ensemencement traditionnel ou semi-direct, notamment lorsqu'on souhaite diminuer l'apport en bactéries lacti-
10 ques.

Les exemples suivants sont destinés à illustrer l'invention sans présenter toutefois un caractère limitatif.

Exemple I

On fabrique un milieu protéique acide en partant d'un concentré
15 de protéines sériques obtenu par ultrafiltration d'un lactosérum issu d'un caillé lactique dont les protéines ont été dénaturées par un chauffage à 85°C avec un temps de chambrage de 30 mn et à un pH voisin de 6. La concentration est d'environ 50 g de matières azotées protéiques par kg. On procède à l'ensemencement avec des lacto-
20 bacilles commercialisés par les Etablissements BOLL sous la dénomination "DVS LHB 01" à raison de 40 g par 100 litres. On incube pendant 16 heures à 45°C, le pH de départ est de 6,40. A la fin de la fermentation, le pH est de 3,78 et l'acidité de 320°D. Après pasteurisation à la vapeur, on obtient une acidité finale de 235°D.
25 On obtient un milieu contenant 50 g de matières azotées protéiques et 23,5 g d'acide lactique par litre; il est directement additionné au lait de fabrication à raison de 2%. Le pH du lait passe de 6,35 à 6,40 et l'activité augmente de 13,5°D à 16°D.

Exemple II

30 On prend un lactosérum de caséinerie ayant un pH de 4,8. L'ultrafiltration à un facteur de concentration 10 permet d'obtenir un produit à pH 4,9 et à teneur en protéines voisine de 60 g/l. On neutralise à un pH de 6,25 à l'aide de soude 10 N. On chauffe afin de dénaturer les protéines sériques à 80°C pendant 30 minutes. On
35 ensemence à 45°C avec des "D.V.S. LHB.02" commercialisés par les

Etablissement BOLL à 40 g/100 l. On laisse incuber pendant 16 heures. On stérilise à 95°C pendant 10 minutes et on obtient un concentré protéique acide titrant 260°D pour un pH de 3,73.

Exemple III

5 On utilise une poudre de rétentat de lactosérum commercialisée par Armor Protéines sous le nom de Protarmor 50. On la resolubilise à 13% d'extrait sec dans de l'eau déminéralisée. On ajuste le pH à 6,25 puis on dénature les protéines sériques par chauffage à 80°C pendant 30 minutes. On ensemence à 45°C avec "LHB 01" à 40 g/100 l, on laisse
10 incuber pendant 16 heures. On stérilise à 95°C et on obtient un milieu protéique acide titrant 250°D pour un pH de 3,70.

D'autres poudres de lactosérum sont aussi utilisables mais donnent des résultats moins intéressants.

Exemple IV

15 On reconstitue un milieu en prenant une poudre de lactosérum doux contenant 63% de lactose et 11,5% de protéines et une poudre de caséinates de calcium à 88% de protéines. On resolubilise dans de l'eau déminéralisée 60 g de poudre de lactosérum doux avec 60 g de caséinates par litre. On pasteurise à 75°C pendant 30 secondes. On
20 ensemence avec "LHB 01" à 40 g/100 l à 45°C et on laisse incuber 16 heures. On stérilise à 95°C et on obtient un milieu protéique titrant 230°D pour un pH de 3,60.

Exemple V

25 On utilise une poudre de lactosérum acide avec une poudre de caséinates de calcium. On resolubilise 68 g de lactosérum acide et 60 g de caséinates par litre d'eau à basse température. On ajuste le pH à 6,25, on pasteurise puis on ensemence à 45°C avec "LHB 01" à 40 g/100 l. On laisse incuber pendant 16 heures. On stérilise à 85°C et on obtient un milieu titrant 225°D pour un pH de 3,5.

30

Exemple VI

On resolubilise des caséinates de calcium dans un perméat d'ultrafiltration de lactosérum acide. On ajuste de le pH à 6,25, on pasteurise, puis on ensemence à 45°C avec "LHB 01" à 40 g/100 l, on
laisse incuber pendant 16 heures. En fin de fermentation on obtient
35 un milieu contenant 55 g de protéines par litre titrant 190°D pour un pH de 3,70.

Exemple VII

On utilise une poudre de lactosérum doux avec une poudre de caséinate de calcium. On resolubilise 60 g de poudre de caséinate de calcium et 80 g de poudre de lactosérum doux par litre d'eau. On
5 pasteurise à 80°C. On obtient un pH de 6,2.

Puis, on ensemence le milieu avec une culture D.V.S. de Lactobacillus Helveticus à raison de 40 g/100 l à 45°C et on laisse
10 incuber pendant 16 heures. On stérilise et on obtient ainsi un produit titrant 250°D pour un pH de 3,47.

REVENDEICATIONS

1. Utilisation d'un concentré protéique acide d'origine laitière pour l'ensemencement direct ou traditionnel de la matière première destinée à la fabrication du fromage, caractérisée par le fait que ledit concentré protéique acide est obtenu en ensemençant à l'aide de bactéries acidifiantes un milieu lacté, enrichi en protéines constitué principalement de protéines et de lactose, en laissant fermenter à une température voisine de la température optimale de croissance des bactéries pour permettre le développement de celles-ci et provoquer l'acidification du milieu jusqu'à un équivalent d'acide lactique inférieur ou égal à 35g/l ; l'arrêt de la fermentation étant mis en oeuvre par élévation de la température du milieu à la température de destruction des bactéries, lorsque le degré d'acidité souhaité est atteint.
2. Utilisation selon la revendication 1 ou 2, caractérisée par le fait que l'on utilise des protéines d'origine laitière et des produits issus de la fabrication fromagère.
3. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 2, caractérisée par le fait que le milieu lacté utilisé est du lactosérum contenant environ par litre 6 à 8 g de lactoprotéines, 45 à 50 g de lactose, 6 à 8 g de sels minéraux et 1 à 2 g de matières grasses.
4. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée par le fait que le lactosérum est enrichi en protéines par concentration au moyen d'une ultrafiltration, microfiltration ou osmose inverse.
5. Utilisation selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée par le fait que le milieu lacté est enrichi par des protéines sériques qui sont dénaturées avant ou après concentration par un traitement thermique pour les rendre récupérables dans le fromage.
6. Utilisation selon l'une quelconque des

revendications 1 à 5, caractérisée par le fait que le milieu lacté utilisé est du lactosérum enrichi en protéines par apport de poudre riche en protéines d'origine laitière comme les caséinates ou tout autre produit riche en protéines laitières.

7. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisée par le fait que le milieu lacté est un perméat d'ultrafiltration de lactosérum que l'on enrichit en protéines d'origine laitière.

8. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée par le fait que les teneurs en protéines et en lactose désirées sont obtenues en resolubilisant des poudres de lactosérum, de rétentats de lactosérum ou des poudres riches en protéines d'origine laitière.

9. Utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée par le fait que le milieu lacté a un pH d'une valeur supérieure ou proche de 6.

10. Utilisation d'un concentré protéique acide d'origine laitière, selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisée par le fait que ledit concentré protéique acide est préparé, en ensemençant à l'aide d'une culture de *Lactobacilles Helvetisus*, un milieu lacté obtenu par resolubilisation de poudre de caséinate de calcium et de lactosérum doux, pasteurisé, en stérilisant le milieu résultant; le concentré protéique acide ainsi obtenu étant pulvérisé par évaporation sous vide puis séché,

11. Concentré protéique acide liquide, caractérisé par le fait qu'il contient de l'acide lactique dans des proportions telles à avoir un pH compris entre 3 et 5,5 et une acidité supérieure à 4 g d'acide lactique/litre (40°D), des matières azotées protéiques dans des proportions d'au moins 30 g/kg et des métabolites.

12. Concentré protéique acide selon la revendication 13, caractérisé par le fait qu'il contient en plus des électrolytes, des vitamines et des résidus azotés susceptibles de stimuler la croissance des ferments lactiques impliqués dans la fabrication des fromages.

13. Concentré protéique acide pulvérulent caractérisé par le fait qu'il est obtenu par déshydratation et séchage du concentré protéique acide liquide tel que défini dans la revendication 11 ou 12.

14. Procédé de fabrication de fromage caractérisé par le fait que l'on additionne directement au lait le concentré protéique acide tel que défini dans l'une quelconque des revendications 11 à 13 dans une quantité telle que l'on obtienne le pH désiré, que l'on procède ensuite à l'emprésurage et aux opérations habituelles de transformation de lait en fromage.

15. Procédé selon la revendication 14, caractérisé par le fait que l'on procède à l'ensemencement direct du lait en additionnant au lait des bactéries lactiques présentes en grande concentration qui n'ont pas été incubées au préalable sur levain.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PCT/FR 88/00407

| I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (If several classification symbols apply, indicate all) * According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC Int.Cl ⁴ C 12 N 1/20; A 23 C 21/02; A 23 C 19/032 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|--|---|-------------------------------------|--|--|---|---------------------------------|---|--------------------------|---|--|------------------------|---|---|-----|---|---|-----|---|---|-----|---|--|----------|
| II. FIELDS SEARCHED <div style="text-align: center; margin-top: 5px;">Minimum Documentation Searched ⁷</div> <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 30%; border: none;">Classification System</td> <td style="border: none;">Classification Symbols</td> </tr> <tr> <td style="border: none; padding: 5px;">Int.Cl⁴</td> <td style="border: none; padding: 5px;">C 12 N; A 23 C</td> </tr> </table> <div style="text-align: center; margin-top: 5px;">Documentation Searched other than Minimum Documentation to the extent that such Documents are included in the Fields Searched *</div> | | | Classification System | Classification Symbols | Int.Cl ⁴ | C 12 N; A 23 C | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Classification System | Classification Symbols | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Int.Cl ⁴ | C 12 N; A 23 C | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT * <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width: 10%;">Category *</th> <th style="width: 60%;">Citation of Document, ¹¹ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹²</th> <th style="width: 30%;">Relevant to Claim No. ¹³</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">Y</td> <td>DE, A, 2319457 (F. ROINER) 7 November 1974, see claim 1; pages 7-8, 15-17</td> <td>1-3, 8, 10 11, 13, 14</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">Y</td> <td>DE, A, 2652558 (NIZO) 2 June 1977 see claims 1-10; page 11, paragraph 2 - page 12, paragraph 1; example 7</td> <td>1-3, 8, 10, 11, 13, 14</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">A</td> <td>Chemical Abstracts, volume 94, No 13, June 1981, (Columbus, Ohio, US), L.I. Stepanova et al.: "Acidic whey for use during milk protein product production", see page 474, abstract 207290f, & Molochn. Prom-st. 1981, (4), 20-1</td> <td>1-3</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">A</td> <td>DE, A, 2631655 (F. ROINER) 19 January 1978 see pages 1, 2; example 3</td> <td>1-3</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">A</td> <td>FR, A, 1479361 (CH. GERVAIS) 5 May 1967 see page 1, column 1; paragraphs 1-3</td> <td>1-3</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">A</td> <td>US, A, 4372979 (G. REINBOLD) 8 February 1983 see claim 1; example IV</td> <td>1, 4, 14</td> </tr> </tbody> </table> | | | Category * | Citation of Document, ¹¹ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹² | Relevant to Claim No. ¹³ | Y | DE, A, 2319457 (F. ROINER) 7 November 1974, see claim 1; pages 7-8, 15-17 | 1-3, 8, 10 11, 13, 14 | Y | DE, A, 2652558 (NIZO) 2 June 1977 see claims 1-10; page 11, paragraph 2 - page 12, paragraph 1; example 7 | 1-3, 8, 10, 11, 13, 14 | A | Chemical Abstracts, volume 94, No 13, June 1981, (Columbus, Ohio, US), L.I. Stepanova et al.: "Acidic whey for use during milk protein product production", see page 474, abstract 207290f, & Molochn. Prom-st. 1981, (4), 20-1 | 1-3 | A | DE, A, 2631655 (F. ROINER) 19 January 1978 see pages 1, 2; example 3 | 1-3 | A | FR, A, 1479361 (CH. GERVAIS) 5 May 1967 see page 1, column 1; paragraphs 1-3 | 1-3 | A | US, A, 4372979 (G. REINBOLD) 8 February 1983 see claim 1; example IV | 1, 4, 14 |
| Category * | Citation of Document, ¹¹ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹² | Relevant to Claim No. ¹³ | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Y | DE, A, 2319457 (F. ROINER) 7 November 1974, see claim 1; pages 7-8, 15-17 | 1-3, 8, 10 11, 13, 14 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Y | DE, A, 2652558 (NIZO) 2 June 1977 see claims 1-10; page 11, paragraph 2 - page 12, paragraph 1; example 7 | 1-3, 8, 10, 11, 13, 14 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| A | Chemical Abstracts, volume 94, No 13, June 1981, (Columbus, Ohio, US), L.I. Stepanova et al.: "Acidic whey for use during milk protein product production", see page 474, abstract 207290f, & Molochn. Prom-st. 1981, (4), 20-1 | 1-3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| A | DE, A, 2631655 (F. ROINER) 19 January 1978 see pages 1, 2; example 3 | 1-3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| A | FR, A, 1479361 (CH. GERVAIS) 5 May 1967 see page 1, column 1; paragraphs 1-3 | 1-3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| A | US, A, 4372979 (G. REINBOLD) 8 February 1983 see claim 1; example IV | 1, 4, 14 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p>* Special categories of cited documents: ¹⁰</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> </div> <div style="width: 45%;"> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>"&" document member of the same patent family</p> </div> </div> | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| IV. CERTIFICATION <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; border: none;">Date of the Actual Completion of the International Search 21 November 1988 (21.11.88)</td> <td style="width: 50%; border: none;">Date of Mailing of this International Search Report 6 December 1988 (06.12.88)</td> </tr> <tr> <td style="border: none;">International Searching Authority EUROPEAN PATENT OFFICE</td> <td style="border: none;">Signature of Authorized Officer</td> </tr> </table> | | | Date of the Actual Completion of the International Search 21 November 1988 (21.11.88) | Date of Mailing of this International Search Report 6 December 1988 (06.12.88) | International Searching Authority EUROPEAN PATENT OFFICE | Signature of Authorized Officer | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Date of the Actual Completion of the International Search 21 November 1988 (21.11.88) | Date of Mailing of this International Search Report 6 December 1988 (06.12.88) | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| International Searching Authority EUROPEAN PATENT OFFICE | Signature of Authorized Officer | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

**ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT
ON INTERNATIONAL PATENT APPLICATION NO.**

FR 8800407
SA 23888

This annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The members are as contained in the European Patent Office EDP file on 30/11/88. The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

| Patent document cited in search report | Publication date | Patent family member(s) | Publication date |
|---|---------------------|---|----------------------------------|
| DE-A- 2319457 | 07-11-74 | NL-A- 7405185 CH-A- 595770 AT-B- 342962 | 21-10-74 28-02-78 10-05-78 |
| DE-A- 2652558 | 02-06-77 | NL-A- 7513464 FR-A, B 2346980 GB-A- 1516786 | 23-05-77 04-11-77 05-07-78 |
| DE-A- 2631655 | 19-01-78 | Aucun | |
| FR-A- 1479361 | | Aucun | |
| US-A- 4372979 | 08-02-83 | Aucun | |

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale N°

PCT/FR 88/00407

| | | |
|--|---|--|
| I. CLASSEMENT DE L'INVENTION (si plusieurs symboles de classification sont applicables, les indiquer tous) ⁷ | | |
| Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB | | |
| CIB ⁴ : C 12 N 1/20; A 23 C 21/02; A 23 C 19/032 | | |
| II. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTÉ | | |
| Documentation minimale consultée ⁸ | | |
| Système de classification | Symboles de classification | |
| CIB ⁴ | C 12 N; A 23 C | |
| Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où de tels documents font partie des domaines sur lesquels la recherche a porté ⁹ | | |
| III. DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS ¹⁰ | | |
| Catégorie [*] | Identification des documents cités, ¹¹ avec indication, si nécessaire, des passages pertinents ¹² | N° des revendications visées ¹² |
| Y | DE, A, 2319457 (F. ROINER) 7 novembre 1974 voir revendication 1; pages 7-8, 15-17 -- | 1-3, 8, 10, 11, 13, 14 |
| Y | DE, A, 2652558 (NIZO) 2 juin 1977 voir revendications 1-10; page 11, alinéa 2 - page 12, alinéa 1; exemple 7 -- | 1-3, 8, 10, 11, 13, 14 |
| A | Chemical Abstracts, volume 94, no. 13, juin 1981, (Columbus, Ohio, US), L.I. Stepanova et al.: "Acidic whey for use during milk protein product production", voir page 474, abrégé 207290f, & Molochn. Prom-st. 1981, (4), 20-1 -- | 1-3 |
| A | DE, A, 2631655 (F. ROINER) 19 janvier 1978 voir pages 1, 2; exemple 3 -- | 1-3 |
| A | FR, A, 1479361 (CH. GERVAIS) 5 mai 1967 voir page 1, colonne 1; alinéas 1-3 -- ./. | 1-3 |
| <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p>[*] Catégories spéciales de documents cités: ¹¹</p> <p>« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent</p> <p>« E » document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date</p> <p>« L » document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)</p> <p>« O » document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens</p> <p>« P » document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée</p> </div> <div style="width: 50%;"> <p>« T » document ultérieur publié postérieurement à la date de dépôt international ou à la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention</p> <p>« X » document particulièrement pertinent: l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive</p> <p>« Y » document particulièrement pertinent: l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier.</p> <p>« & » document qui fait partie de la même famille de brevets</p> </div> </div> | | |
| IV. CERTIFICATION | | |
| Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée | Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale | |
| 21 novembre 1988 | 06.12.88 | |
| Administration chargée de la recherche internationale OFFICE EUROPEEN DES BREVETS | Signature du fonctionnaire autorisé P.C.G. VAN DER PUTTEN | |

| III. DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS (SUITE DES RENSEIGNEMENTS INDICUÉS SUR LA DEUXIÈME FEUILLE) | | |
|--|---|------------------------------|
| Catégorie * | Identification des documents cités, avec indication, si nécessaire, des passages pertinents | N° des revendications visées |
| A | US, A, 4372979 (G. REINBOLD) 8 février 1983 voir revendication 1; exemple IV ----- | 1,4,14 |

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE
RELATIF A LA DEMANDE INTERNATIONALE NO.**

FR 8800407
SA 23888

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche international visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 30/11/88
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

| Document brevet cité au rapport de recherche | Date de publication | Membre(s) de la famille de brevet(s) | Date de publication |
|---|------------------------|--|----------------------------------|
| DE-A- 2319457 | 07-11-74 | NL-A- 7405185 CH-A- 595770 AT-B- 342962 | 21-10-74 28-02-78 10-05-78 |
| DE-A- 2652558 | 02-06-77 | NL-A- 7513464 FR-A,B 2346980 GB-A- 1516786 | 23-05-77 04-11-77 05-07-78 |
| DE-A- 2631655 | 19-01-78 | Aucun | |
| FR-A- 1479361 | | Aucun | |
| US-A- 4372979 | 08-02-83 | Aucun | |

EPO FORM P0472

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82

THIS PAGE BLANK (USPTO)